

УДК 543. 542. 2.

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ПРАКТИКА В ОАО “УРАЛМЕХАНОБР”

Г.В.Шибалко, Н.И.Стенина

ОАО “Уральский научно-исследовательский и проектный институт обогащения
и механической обработки полезных ископаемых”
620144, Екатеринбург, Хохрякова, 87

В статье представлен обзор методов анализа и оборудования, используемых в аналитической практике лаборатории при определении элементов в продуктах черной и цветной металлургии, неметаллических полезных ископаемых и техногенных материалов.

Шибалко Г.В. - старший научный сотрудник ОАО “Уралмеханобр”, кандидат химических наук.

Область научных интересов: анализ продуктов черной и цветной металлургии и неметаллических полезных ископаемых.

Автор 32 статей.

Стенина Н.И. - заведующая лабораторией ОАО “Уралмеханобр”, кандидат химических наук.

Область научных интересов: анализ продуктов черной и цветной металлургии и неметаллических полезных ископаемых.

Автор 77 статей.

ОАО “Уралмеханобр” занимается разработкой новых технологий обогащения различного минерального сырья и техногенных отходов горнорудного производства, черной и цветной металлургии. Информацию о химическом составе продуктов на всех этапах переработки обеспечивает аналитическая лаборатория. Так, в настоящее время выполняются анализы на различные элементы по 25 научно-исследовательским работам.

В новое столетие лаборатория входит с большим арсеналом методов анализа, с богатым опытом решения сложных аналитических задач и современным оборудованием.

В лаборатории определяется более 50 элементов периодической системы в диапазоне от $n \cdot 10^{-3}$ до 100 %. Это черные и цветные металлы: Fe, Mn, Cr, Ti, Zn, Cu, Co, Ni, V; породообразующие – Mg, Ca, Si, Al, Ba; редкие – W, Nb, Ta, Ga, Ge, In, Hg, Te; благородные – Ag, Au, Pt, Pd; неметаллы – F, Cl, S, P и другие. Объекты анализов очень разнообразны: руды и концентраты - железные, титано-магнетитовые, хромовые, марганцевые, полиметаллические, редкометаллические, цинковые и медные материалы и продукты их переработки; огнеупоры, различное неметаллическое сырье; чугуны, стали, сплавы, пыли, шлаки, воды предприятий.

В зависимости от поставленных задач, природы и содержания элементов используются следующие методы анализа – химические (гравиметрия и титриметрия) и современные физико-химические: разновидности атомной абсорбции, фотометрии и электрохимии. Более 80 % объема работ выполняется с применением физико-химических методов. Такое разнообразие объектов и методов анализа можно охватить только при наличии современного оборудования, метрологического обеспечения работ (наличие аттестованных методик, ГОСТов, соответствующего набора СО и т.д.) и сотрудников высокой квалификации.

Наиболее широко в лаборатории применяют методы атомной абсорбции. В работе 4 спектрофотометра: пламенные – Solaar 966 (“Vnicom”, Англия); AAS-1N (Германия); Сатурн (Россия) и спектрофотометр с электротермической атомизацией – Квант Z-эта (“Кортек”, Россия). Современный пламенный спектрофотометр Solaar 966 выгодно отличается от предшествующих приборов. Он имеет более совершенную систему дейтериевой коррекции фона; конструкция распылителя и другие аппаратные особенности прибора обеспечивают стабильный сигнал с минимальными спектральными помехами и более низкий предел обнаружения элементов. В программе прибора заложен автоматический расчет результатов. Эти достоинства прибора способствуют его успешному использованию в лаборатории, особенно при определении содержаний элементов $\geq 0,5$ мас. %, при контроле результатов, выполненных другими методами или на других атомно-абсорбционных спектрофотометрах, при арбитражных и аттестационных анализах. При использовании СФ-Solaar 966 аттестованы С, S, Zn, Cu, CaO, Al₂O₃, MgO, Cr₂O₃, Co, Ni в СО состава руд, шлаков, сталей и сплавов.

Спектрофотометр Квант Z-эта применяется для определения золота и серебра от 0,1 г/т в комплексных материалах. Зеемановская коррекция фона в совокупности с особенностями конструкции графитового атомизатора позволяют резко снизить фоновый шум, что обеспечивает точность и стабильность результатов. В дальнейшем прибор предполагается применить для экспрессного определения As, Hg, Se, Te, Sb, Pb и т.д.

Молекулярная спектроскопия не утратила своего значения и находит широкое применение для определения P, Si, Ti, Fe, As, Ge, Ga, Zr, Ta, Nb, W при контроле технологических процессов, аттестации элементов в СО. Измерение оптической плотности растворов проводится на фотометрах КФК-3 и спектрофотометре СФ-46.

Для определения серы и углерода в различных технологических материалах и стандартных образцах сталей, сплавов и чугунах внедрен метод инфракрасной спектроскопии. Сжигание образца и измерение сигналов SO₂ и CO₂ проводят на трехканальном анализаторе CS-800 (“Eltra”, Германия) с индукционной печью. Заложённая в нем программа позволяет следить за ходом анализа на мониторе компьютера и при необходимости быстро проводить его перекалибровку. Работа прибора характеризуется высокой стабильностью. Одновременное определение S и C осуществляется в течение 1 – 2 мин. При этом успешно решается проблема определения элементов в широком диапазоне от $n \cdot 10^{-4}$ %. Погрешности при определениях не превышают нормированных значений показателей, регламентированных соответствующими ГОСТ и НД.

В лаборатории используются следующие электрохимические методы: потенциометрия (титрование и прямой вариант), полярография, амперометрия и кулонометрия с контролируемой силой тока (J-const). При потенциометрическом титровании определяются макроколичества (≥ 10 %) следующих элементов: Mn (титрант KMnO₄); V (титрант Fe(II), Co (титрант K₃[Fe(CN)₆] Fe(II) (титрант K₂Cr₂O₇) и Sb (титрант KBrO₃) в продуктах черной и цветной металлургии. Титрование проводят на иономере ЭВ-74 с 2 индикаторными электродами: в первом случае – платиновый-сурьмяный, а в остальных – платиновый-вольфрамовый.

Методом прямой потенциометрии устанавливается содержание фторид-ионов в нерудном и минеральном сырье и сульфидных продуктах. Индикаторный электрод-лантанфторидный; среда – трилонатно-аммиачный буфер с pH 10,5.

Прямая потенциометрия используется для измерения pH сред. В этих случаях удобен pH-метр/ионмер анион-410B1 (“Инфраспек-аналит”, Новосибирск). Градуировочный график строится автоматически микропроцессором прибора на основе измерений ЭДС стандартных растворов от их pH. pH анализируемого раствора находится также автоматически по измеренной ЭДС с помощью градуировочного графика.

Методы полярографии за последнее десятилетие в лаборатории применяются редко, т. к. для ряда элементов (Cu, Zn, Pb, Cd, Ni, Co) они оказались неконкурентоспособными по сравнению с вариантами атомной абсорбции, особенно при появлении современного оборудования. Однако для определения селена, теллура, индия, а также олова и свинца в диапазоне $\sim 10^{-3} - 10^{-10}$ мас. %) они являются незаменимыми.

в продуктах черной и цветной металлургии в практике лаборатории они незаменимы. Методы селективны, но трудоемки. Измерения проводятся на полярографе ПУ-1.

Амперометрия с двумя индикаторными платиновыми электродами используется при титровании ванадия (при содержании > 10 %), но чаще – в качестве метода индикации конечной точки титрования в кулонометрии. Титрант – Fe (II).

Универсальная методика кулонометрического титрования ванадия, примененная к железным, марганцевым, хромовым рудам, продуктам их переработки, широко используется в лаборатории, а также для аттестации ванадия в различных стандартных образцах. Методика аттестована в ЗАО "ИСО" за № НДП МХ 318-2001. Кулонометрическая установка собрана на основе потенциостата П-5827М и амперометрического прибора (г.Гомель). Влияние мешающих элементов устраняется в процессе анализа, а его время ограни-

чивается разложением проб. Отмечаем огромные достоинства кулонометрии при J-const - простота и экспрессность анализа и отсутствие необходимости в титрованных и стандартных растворах при установлении содержания элемента.

Наличие современного оборудования и соответствующих методов анализа значительно облегчает аналитическую работу, но не заменяет знания, опыт и профессионализм аналитика. Вопросу повышения квалификации уделяется постоянное внимание. Большую роль играет анализ ошибок, систематический внутренний контроль качества работ, а также внешний контроль со стороны ЗАО "ИСО".

В это сложное время лаборатория старается не утратить своих позиций. Она дважды аттестована Министерством Металлургии СССР (1984, 1989 гг.) и дважды аккредитована Госстандартом России (1998, 2002 гг.).

* * * * *

ANALYTICAL PRACTICE AT THE «URALMECHANOB»
G.V. Shibalko, N.I. Stenina

Analysis techniques and instruments which are used in laboratory practice for element determination in ferrous and non-ferrous metallurgy products, non-metal minerals and man-caused materials are reviewed.
